

## РЕНТГЕНДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗМЕНЕНИЙ СТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ ПОСЛЕ ИХ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ

В.А. Лиопо, А.Ю. Иванов, С.Л. Гей

УО «Гродненский государственный университет имени Янки Купалы»,  
ул.Ожешко, 22, 230023, Гродно, Беларусь, (8-044)5444231, [sneg-mail@list.ru](mailto:sneg-mail@list.ru)

Исследовались результаты воздействия лазерного излучения на металлы с точечной группой  $Fm\bar{3}m$ . Обнаруженные структурные изменения в металле после его обработки лазерным излучением позволили объяснить увеличение его (материала) твердости.

### Введение

Воздействие на поверхность металлов высокоэнергетическим излучением может привести к изменению их физических свойств, например, твердости, и эта обработка применяется в ряде промышленных процессов. Различные виды радиационной обработки можно условно разделить на 2 типа. Первый из них не связан с внедрением в обрабатываемое вещество ионов определенного типа, обычно представлен в виде лазерной обработки. Второй тип радиационной обработки называется ионной имплантацией и связан с облучением вещества высокоэнергетическим электромагнитным излучением. В обоих случаях в веществе увеличивается концентрация различных дефектов, связанная с искажением решетки кристалла: увеличение концентрации дефектов по Френкелю или Шоттки вследствие возможных фазовых переходов, изменение концентрации атомов, а при ионной имплантации - с возникновением дефектов внедрения. В общем случае следует учитывать возможные изменения состава обрабатываемого материала при испарении отдельных его компонентов. Ряд этих изменений можно исследовать стандартными методами анализа [1], но наиболее эффективным и информативным является метод рентгенодифрактометрического анализа [2].

### Лазерная обработка поликристалла меди

Анализ структурных изменений, происходящих в металлах под действием лазерного излучения, был выполнен для поликристаллической меди. Этот металл был выбран по ряду причин.

Во-первых, из экспериментов известно, что твердость этого металла увеличивается после его лазерного облучения.

Во-вторых, медь с точечной группой  $Fm\bar{3}m$  и периодом решетки  $a = 3,62 \text{ \AA}$ , не имеет других полиморфных модификаций, то есть ее нагревание (или охлаждение) не приведет к возникновению новых фаз. Кроме того, медь не является хорошим адсорбентом, то есть не следует ожидать, что при действии на нее лазерного излучения произойдет изменение ее химического состава.

### Описание эксперимента

Для воздействия на металлы использовалась экспериментальная установка (рис. 1), созданная на основе воздействующих лазеров ГОС-1001 (длина волны излучения  $\lambda = 1,06 \text{ мкм}$ ) и ГОР-100М ( $\lambda = 0,69 \text{ мкм}$ ). В первом случае модуль работал в режиме повторяющихся импульсов с частотой от 5 до 50 кГц, частота повторения импульсов определялась энергией накачки и оптической плотностью использовавшихся пассивных затворов. Длительность одного пика составляла  $\sim 100 \text{ нс}$ ; временная форма пика была близка к гауссовой. Полная энергия лазерного импульса изменялась от 4 Дж (моноимпульс) до 150 Дж (35 пиков). Среднее значение плотности потока излучения варьировалось от 0,8 до 2,5 ГВт/см<sup>2</sup>.

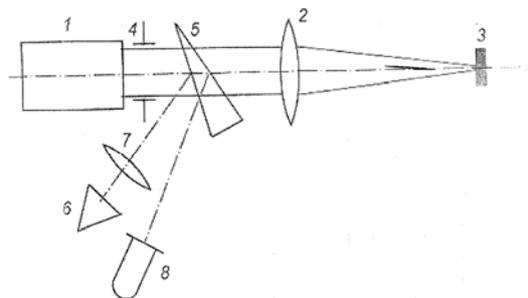


Рис. 1. Схема экспериментальной установки для лазерного облучения образцов.

1-воздействующий лазер, 2-фокусирующая система, 3-мишень-образец, 4-диафрагма, 5-стеклянный клин, 6-измеритель энергии, 7-линза, 8-регистрирующее устройство.

Во втором случае в качестве воздействующего лазера (1) использовался лазер ГОР-100М, работающий в режиме свободной генерации, что позволяло получать импульсы длительностью  $\tau \sim 1,2 \text{ мс}$  с энергией  $E$ , варьировавшейся в пределах от 5 до 60 Дж с хаотической временной и весьма неоднородной пространственной структурой и плотностью потока  $q \sim 10^4 - 10^6 \text{ Вт/см}^2$ .

Фокусирующая система (2) формировала на поверхности изучаемого образца (3) изображение диафрагмы (4) диаметром 10 мм. Полученное пятно фокусировки излучения имело резкие

края, и диаметр его варьировался в ходе экспериментов от 1 до 2 мм.

Часть лазерного излучения направлялась передней гранью стеклянного клина (5) в измеритель энергии ИМО-2Н (6), входной значок которого был расположен в фокальной плоскости линзы (7). Отраженное задней гранью клина (5) излучение направлялось на коаксиальный фотоэлемент ФЭК-14 (8), сигнал с которого подавался на вход осциллографа С8-13 и использовался для регистрации временной формы лазерного импульса.

Исследование влияния лазерного облучения на металлы выполнены методом рентгеновской дифрактометрии с использованием рентгеновского дифрактометра ДРОН-2.0М, излучение  $CuK_{\alpha}$  - фильтрованное ( $\lambda = 1,540 \text{ \AA}$ ). Микротвердость определялась с использованием прибора ПМТ-3.

Как уже указывалось, лазерное воздействие может привести к целому ряду изменений вещества, таких как изменение химического состава, связанного, например, с кристаллохимическими превращениями; фазовые переходы; увеличение концентрации дефектов новых типов; изменение свойств межкристаллических областей. В рассматриваемом случае первые два механизма изменений в веществе невозможны, так как исследуются одноэлементные кристаллы, не имеющие других фаз, кроме той, что описываются группой  $Fm\bar{3}m$ . Кроме того, энергии лазерного излучения недостаточно для ионизации ионов остова, то есть ни межъядерные расстояния, ни энергия Ферми не изменяются, но в то же время остаточный эффект, связанный, например, с увеличением износоустойчивости металлических изделий и с увеличением твердости, существует. Следовательно, необходимо ответить на вопрос: влияет ли облучение на дефектность структуры металлических кристаллов или это влияние носит надструктурный характер. Поэтому на первом этапе исследований основное внимание обращено, главным образом, на положение рефлексов, но принимались во внимание и вариации интенсивностей рефлексов.

Из анализа функций радиального распределения атомной плотности видно, что распределение параметров ячейки металла  $Cu$  до и после лазерного облучения достаточно сильно отличаются друг от друга, увеличивается разброс значений этих параметров, определенных по различным рефлексам [3]. Таким образом, лазерная обработка металлов вызывает изменение распределения размеров ячеек в кристалле, то есть увеличивает структурную дефектность, что и приводит к наблюдаемым эффектам.

Результаты рентгендифрактометрических исследований обсуждались в работе [4], в которой рассматривалась модель искаженной кубической решетки меди в области действия лазерных излучений, приведенной на рисунке 2. Для иллюстрации рассмотрим участок поверхности поликристаллической пластинки, вклю-

чающей кристаллиты 1-6. Верхние грани этих кристаллитов (зерен) соответствуют определенным кристаллографическим плоскостям ( $hkl$ ), строго индивидуальным для каждого кристаллита (рис. 2а). Это обусловлено отсутствием текстуры. Габитусы кристаллитов могут иметь различный вид, на рис. 2 они представлены параллелограммами, но это не нарушает общности анализа.

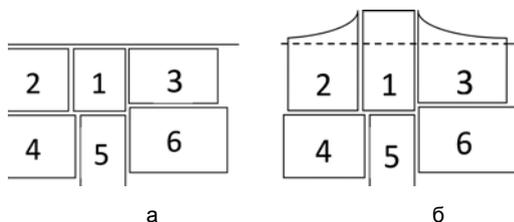


Рис. 2. Морфология поверхности до (а) и после (б) лазерного облучения.

Лазерный импульс действует на блок 1.

Предположим, что лазерный импульс действует на кристаллит 1. Во время действия импульса произойдет увеличение температуры облученного участка образца и, следовательно, увеличение его объема. Однако этот кристаллит окружен кристаллитами с гораздо меньшей температурой. Следовательно, увеличение линейных размеров нагретого кристаллита будет наибольшим во внешнюю область. Габитусы соседних кристаллитов также изменятся, возникает дефектная область с микронапряжением в кристаллитах. После прекращения импульса в кристаллите 1, находящемся в холодной матрице, резко уменьшится температура, но начальный габитус не восстановится. Следовательно, в зависимости от ( $hkl$ ) внешней грани кристаллита кубическая решетка в его объеме искажается. Если грань поверхности ( $h00$ ), то кристаллит перейдет в тетрагональную сингонию, при ( $h11$ ) – в тригональную, и т.п. Рассеяние рентгеновского излучения нужно описывать как рассеяние на системе плоскостей ( $hkl$ ) с распределением межплоскостных расстояний в интервале  $d \pm \delta$  при  $\delta \ll d$ .

Эта модель, представляющая обобщение теории рассеяния рентгеновских лучей на смешанослойных структурах, использована в работе [5]. Из рассматриваемой модели следует, что, во-первых, параметры решетки  $a$ , определяемые по разным рефлексам по квадратичной формуле кубического кристалла должны отличаться друг от друга на величины, превышающие погрешность эксперимента. При этом среднее значение периода решетки кристалла до и после облучения должны совпадать. Во-вторых, вследствие искажения отражающих плоскостей, полуширина рефлексов должна увеличиваться. В-третьих, если облучение приводит к возникновению механических напряжений, то они должны релаксировать с течением времени до

исходного состояния. Если первый и третий выводы соответствовали экспериментальным данным, то уширение рентгеновских рефлексов экспериментально не было обнаружено, хотя в рамках теории рассеивания на структурах с вариациями межплоскостных расстояний это уширение должно наблюдаться. Объяснение этого экспериментального факта можно дать на основе обобщения метода Лауэ, сделанным Берто [6].

Рассмотрим поликристалл с произвольной формой его кристаллитов (зерен) при отсутствии текстуры. В направлении оси  $z$ , перпендикулярном поверхности образца, которая анализируется методом рентгеновской дифрактометрии, распределение линейных сечений зерен опишем функцией  $P(z)$ :

$$\rho_j(xyz) = \rho_0(xyz)\sigma_j(xyz), \quad (1)$$

где  $\rho_j(xyz)$  - функция электронной плотности в  $j$ -том зерне и в бесконечном кристалле, решетка которого ориентирована как и в  $j$ -том зерне. При этом среднее значение периода решетки кристалла до и после облучения должно совпадать.

Находим распределение размеров зерен по поверхности поликристалла  $P(xy)$ . Функция  $P(xy)$  зависит от  $\sigma_j(z)$  и определяется условием:

$$P(xy) = \frac{1}{N} \sum_j \int_{z_j} \sigma_j(xyz) \cdot z \cdot dz \quad (2)$$

где  $N$  - число зерен. Среднее (эффективное) значение размера зерна в  $z$ -направлении ( $L_z$ ) определяется модальным значением  $P(xy)$ . Именно оно рассчитывается по формуле Шеррера:

$$L = \frac{\lambda}{(\Delta 2\theta) \cos \theta} \quad (3)$$

где  $\lambda$  - длина волны рентгеновского излучения,  $\varphi = 2\theta$  - угол дифракции рефлекса,  $\Delta 2\theta$  его полуширина,  $\theta$  - брэгговский угол.

В модели Вульфа-Брэггов рассеяние лучей определяется интерференцией отраженных от поверхностной и лежащей под ней узловой плоскости, то в модели Лауэ рассматривается интерференция волн, рассеянных атомами одной узловой линии. Представим зерно поликристалла в виде совокупности параллельных столбиков в пределах границ зерна. Эти колонки перпендикулярны

отражающей плоскости ( $hkl$ ). Так как в формулу интенсивности рефлекса входит структур-фактор  $|F|^2$ , представляющий самосвертку функции электронной плотности, то при учете размеров зерен надо учесть самосвертку фактора формы

$$f(t) = \int_M^T \sigma(z) \cdot \sigma(z-t) \cdot dz, \quad (4)$$

где  $T$  - высота столбика. Параметр  $t$  такой, что если увеличивается размер столбика, то  $f(t) = 0$ , в противном случае  $f(t) = 1$ .

Следовательно, для каждого зерна с его отражающей плоскостью ( $hkl$ ) фактор  $f(t)$  во-первых, входит как множитель в формулу расчета интенсивности, а во-вторых, не зависит от угла дифракции. Следовательно, при появлении выше упомянутой структуры происходят изменения интенсивности рефлекса, так как

$$I(hkl) \sim |F|^2 = \int f(t) \cdot \rho(z) \cdot \rho(z-t) \cdot dt \quad (5)$$

Таким образом, с изменением высоты зерна интенсивности могут, как увеличиваться, так и уменьшаться, а положения рефлексов смещаться по отношению к исходным.

### Заключение

Было исследовано воздействие лазерного излучения на металлы с точечной группой  $Fm\bar{3}m$ . С помощью обнаруженных структурных изменений в металле после его обработки лазерным излучением объяснено увеличение твердости материала.

### Список литературы

1. Лиопо В.А., Струк В.А., Комар В.Ф., Овчинников Е.В., Заяц И.В. Методы анализа в материаловедении – Гродно: Изд. ГрГУ, 2006. – 209 с.
2. Лиопо В.А., Кузнецова Т.А., Налихман В.М., Война В.В. Практическая рентгеновская дифрактометрия. – Иркутск: Изд. ИГУ, 2010. – 159 с.
3. Гей С.Л. // Весці Нац. акад. Навук Беларусі. Сер. фіз.-тэх. навук. – 2005. – 5. – С. 170-172.
4. Интенсификация процессов формирования твердотельных структур концентрированными потоками энергии / под. ред. А.П. Достанко, Н.К. Толочко. – Минск: Бестпринт, 2005. – С. 315-361.
5. Дриц В.А., Сахаров Б.А. Рентгеноструктурный анализ смешанослойных минералов. – М.: Наука, 1976. – 256 с.
6. Гинье А. Рентгенография кристаллов. – М.: Наука, 1961. – 906 с.

## X-RAY DIFFRACTION STUDY CHANGES IN THE STRUCTURE OF METALS AFTER THEIR LASER TREATMENT

V. Liopo, A. Ivanov, S. Hey  
Yanka Kupala State University of Grodno,  
230023 Republic of Belarus, Grodno, Str. Ozeshko, 22, (8-044)5444231, [sneg-mail@list.ru](mailto:sneg-mail@list.ru)

The results of influence of laser radiation on metals with a dot group  $Fm\bar{3}m$  are present. The structural change in the metal after its processing by laser radiation allowed to explain the increase hardness of the material.